

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

✓ Select All

✗ Clear Selections

Print/Save Selected

Send Results

Format

Display Selected Free



1. ☐ 2/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

003230787

WPI Acc No: 1981-91346D/198150

Decaffeinating aq. green coffee bean extracts - by treatment
with neutral activated carbon

Patent Assignee: SOC PROD NESTLE SA (NEST)

Inventor: BLANC M; GREEN D

Number of Countries: 019 Number of Patents: 018

Patent Family:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|-------------|------|----------|-------------|------|----------|----------|
| EP 40712 | A | 19811202 | EP 81103266 | A | 19810430 | 198150 B |
| GB 2076626 | A | 19811209 | GB 8113913 | A | 19810507 | 198150 |
| PT 72782 | A | 19811126 | | | | 198152 |
| DE 3119277 | A | 19820415 | | | | 198216 |
| ZA 8102953 | A | 19820329 | | | | 198225 |
| DD 158736 | A | 19830202 | | | | 198322 |
| AT 8102182 | A | 19830815 | | | | 198337 |
| IL 62789 | A | 19831031 | | | | 198347 |
| CA 1162436 | A | 19840221 | | | | 198413 |
| EP 40712 | B | 19840418 | | | | 198417 |
| SU 1056875 | A | 19831123 | SU 3276096 | A | 19810409 | 198430 |
| GB 2076626 | B | 19841003 | | | | 198440 |
| US 4495210 | A | 19850122 | US 80153904 | A | 19800528 | 198506 |
| EP 40712 | B2 | 19890419 | EP 81103266 | A | 19810430 | 198916 |
| JP 57012952 | A | 19820122 | JP 8161129 | A | 19810422 | 198943 |
| JP 89045345 | B | 19891003 | | | | 198943 |
| IT 1171255 | B | 19870610 | | | | 199004 |
| DE 3119277 | C | 19910425 | | | | 199117 |

Priority Applications (No Type Date): US 81264062 A 19810515; US 80153904 A 19800528

Cited Patents: EP 8398; FR 503796; FR 741903; FR 741904; FR 779451; GB 285386; 5. Jnl. Ref

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

EP 40712 A E 13

Designated States (Regional): BE CH FR IT LI LU NL SE

EP 40712 B E

Designated States (Regional): BE CH FR IT LI LU NL SE

EP 40712 B2

Designated States (Regional): BE CH FR IT LI LU NL SE

Abstract (Basic): EP 40712 A

Caffeine (I) is recovered from an aq. soln. contg. (I) extracted from green coffee beans together with non-caffeine green coffee solids (II) by treatment with neutral activated C (III); (III) contg. adsorbed (I) is then sepd. from the aq. soln. which then has reduced caffeine content.

Aq. (I) soln. is prepd. by known methods, e.g. extrn. of green coffee beans with H₂O (in wt. ratio 1:at least 3) in a fixed bed system. Treatment of the aq. soln. is with 20-30% by wt. (of green coffee being decaffeinated) of (III) in a static bed for 3-10 hr. at pref. 60-90 deg. Alternatively the aq. (I) soln. may be prepd. by continuous counter-current extrn. of green coffee beans with H₂O at 90-120 deg. with H₂O:coffee wt. ratio 3-15:1. The aq. extract is then extd. (counter-current system) with (III) (10-20% by wt. of coffee

being extd.) at 60-90 deg.

Use of neutral activated C to adsorb (I) prevents the known increase in pH of the aq. soln. (associated with a deterioration in the colour and flavour of coffee beans when the aq. soln. is recycled).

Title Terms: DECAFFEINATE; AQUEOUS; GREEN; COFFEE; BEAN; EXTRACT; TREAT;
NEUTRAL; ACTIVATE; CARBON

Derwent Class: B02: D13

International Patent Class (Additional): A23F-005/20; B01D-000/00;
C07D-473/12

File Segment: CPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2005 Thomson Derwent. All rights reserved.

☒ Select All
☒ Clear Selections

☐ Print/Save Selected

☐ Send Results

☐ Display Selected

Format
Free

© 2005 Dialog, a Thomson business

【物件名】

引用例 2

引用例 2

⑩ 日本国特許庁 (J P)

⑪ 特許出願公告

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平1-45345

⑬ Int. Cl. *

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公告 平成1年(1989)10月3日

A 23 F 5/22

6712-4B

発明の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 コーヒー生豆からカフェインを除去する方法

⑯ 特 願 昭56-61129

⑰ 公 開 昭57-12852

⑱ 出 願 昭56(1981)4月22日

⑲ 昭57(1982)1月22日

優先権主張 ⑳ 1980年5月28日㉑ 米国 (U S) ㉒ 153904

㉓ 発 明 者 デビッド・グリーン

スイス国シャボルナイ・リュ・ドウ・ラ・シテ14

㉔ 発 明 者 モーリス・ブランク

スイス国モルジュ・レジダンス・ドウ・ラ・コテ30

㉕ 出 願 人 ソシエテ・デ・プロデ

スイス国ブレイ・ビー・オー・ボックス353

ユイ・ネフスル・ソシ

エテ・アノニム

㉖ 代 理 人 弁理士 浅 村 皓 外4名

審 査 官 小 沢 誠 次

【添付書類】

5  455

1

2

㉗ 特許請求の範囲

1 コーヒー生豆から抽出した、カフェインを含む水溶液からカフェインを回収しかつ非カフェイン生コーヒー固形物を回収する方法において、この溶液を実質的に中性の活性炭と接触させ、ついで、カフェインを吸着した活性炭と、カフェインの量を減じた水溶液とを分離することを特徴とする、上記方法。

2 接触を60から80℃の温度で行う、特許請求範囲第1項記載の方法。

3 水溶液のカフェイン含量を、実質的にゼロに減じ、そしてその中の非カフェイン生コーヒー固形物を、含量を減じたカフェイン及び非カフェイン生コーヒー固形物を有する生コーヒー豆と混合する、特許請求範囲第1項又は第2項記載の方法。

4 コーヒー生豆からカフェインを除去する方法において、水、非カフェイン生コーヒー固形物の水溶液及び少量のカフェインを含む非カフェイン生コーヒー固形物の水溶液からなる群から選択した水性媒質とこの豆とを接触させ、コーヒー生豆から溶出したカフェインを含む水性媒質を回収し、その媒質を実質的に中性の活性炭と接触させてカフェインを除去し、カフェインを吸着した活性炭をカフェイン量を減じた水性媒質から分離

し、そしてカフェイン量を減じた水性媒質中にある非カフェイン生コーヒー固形物を、カフェイン量と非カフェイン生コーヒー固形物を減じたコーヒー生豆と混合することを特徴とする、上記方法。

5 水性媒質のカフェイン量を、実質的にゼロ迄減少する特許請求範囲第4項記載の方法。

6 水性媒質対生コーヒー豆比は3:1から15:1である、特許請求の範囲第4項又は第5項記載の方法。

7 活性炭と接触させたカフェイン含有水溶液又は水性媒質は10重量%を越えない固形含量を有する、特許請求の範囲第1項から第6項のうちいずれか1項に記載の方法。

㉘ 発明の詳細な説明

本発明は、水性媒質からカフェインを取出す方法に関する。

脱カフェインコーヒーの製造において、豆からカフェインを抽出するのに、2つの基本的なアプローチを利用出来る。第1の方法によれば、コーヒー生(焙煎しない)豆を、水又は、非カフェイン生コーヒー固形物を含む水溶液で抽出し、その抽出液を豆から分離し、カフェインを通常溶剤抽出又は固形吸着剤による吸着により抽出液から除去し、そしてカフェインを除去した抽出物を、コ

(2)

特公 平 1-45345

3

ーヒー豆にもどすことが出来る。第2のアプローチは、豆とカフェイン溶剤（通常塩化メチレン）との直接の接触及び溶剤を蒸発させてカフェインを残留させるものである。提案された種々の固形吸着剤の中で、活性炭は、その迅速な有効性と再生の容易さの為に、重合型樹脂のような物質以上の利点を示す。然し抽出液と活性炭との接触により、しばしばpHが増加し、コーヒー豆の色とフレーバが低下する。

若し使用した活性炭を、水に分散した時に実質的に中性の反応を示すならば、pHの望ましくない増加を、かなり減少出来ることが判つた。

本発明では、コーヒー生豆から抽出したカフェインを含む水溶液からカフェインを回収し、かつ非カフェイン生コーヒー固形物を回収する方法において、この水溶液を実質的に中性の活性炭と接触させ、ついでカフェインを吸着した活性炭と、カフェイン量を減じた水溶液とを分離することを特徴とする上記方法を提供する。「実質的に中性」とは、活性炭を水に浸す時、pH値が実質的に不変な活性炭を意味するのに使用した。此の性質を有する炭素は、熱で活性化した炭素を酸洗浄し、次に中性になる迄水洗するか、又は酸で活性化した炭素をアルカリ溶液で中和し、次に中性になる迄水洗することにより、得ることが出来る。

カフェインの水溶液は、常法で得ることが出来る。常法には、豆のカフェイン量を希望する水準迄減ずるのに十分な時間コーヒー生豆と水とを接触させるものである。その接触は、コーヒー抽出物の製造において、焙煎したコーヒーの抽出に使用するのと同じ装置を使用し、向流法により行うことが出来、又バッチ接触で、一定容量の水を一定重量のコーヒー豆に連続的に循環し、各サイクルで豆にもどす前に、抽出液よりカフェインを除去するのに使用出来る。向流装置において、カフェインと非カフェイン生コーヒー固形物を含む水性抽出媒質は、次第により高いカフェイン量のコーヒーに出会う。その装置から出たカフェインを含む抽出液を、出来れば、再び向流カラム装置内で吸着剤と接触させる。その操作に影響する主な要因は、温度、抽出液対コーヒーの比率、コーヒー対炭素の比率、時間及び液速度であり、その各々を、希望する脱カフェイン度に適合され得る。本発明の方法を実施する際に、中性の活性炭

4

は、バッチ又は向流連続装置の何れでも使用出来る。両方の場合に、通常設備を連続運転する為、吸着剤の層を対に造り、その結果、他の操業中に1つ以上の再生が出来る。

5 コーヒー生豆の脱カフェインは、脱イオン水で行うのがよい。コーヒー対水の比率はそれ程厳密なものではなく、むしろ工業的な操作で生ずる実際的な問題を考慮して決定する。すなわち、適当なカフェイン抽出を与えないような、コーヒー対水の比率として過度の量を避ける。一般に、水対生コーヒーの重量比がコーヒー1部に対し少なくとも約3部で満足すべき結果が得られることが判つた。

1つの実施態様では、コーヒー生豆を、カラム中の固定層で又は適当なタンブラー又は同様な抽出装置の中で接触させる。両方の場合とも、コーヒーと水の重量は、カラム又は、抽出器から回収されるカフェインを含む水に対し一定であり、そのカフェインを含む水は、循環前に、中性の活性炭でカフェインを除去する。炭素の重量は、通常カフェインを除去する生コーヒーの20~30重量%である。全接触時間は、なかんずく、水/コーヒー比率、温度、希望するカフェイン除去度により決まる。最も多い例では、3~10時間である。温度は60~90℃の範囲がよい。より低い温度は、接触時間が長い場合、微生物増殖の危険が増加し、その結果、抽出物中の糖の発酵を生ずる為通常避ける。更に、豆からのカフェインの拡散率は温度により減少する。90℃以上での長時間の接触はフレーバを損ない、そして実際問題として圧力装置によらずに此等の温度に保持することは困難である。

30 コーヒー生豆の連続式抽出とカフェイン除去に適した本発明の別の実施態様では、向流装置が使用される。

生コーヒーは焙煎したコーヒーの抽出に使用するのと同じような装置を使用して抽出する。抽出器に入る新鮮な水は、通常90~120℃の温度範囲である。なるべく脱イオン水を使用する。水対コーヒーの比率は臨界的ではないが、一般に重量で3:1と15:1の間である。抽出器の数と循環時間は、希望する脱カフェイン度をもたらすよう選ばれる。8台迄の抽出装置を直列で15~120分の循環時間、使用し得る。

(3)

特公 平 1-45345

5

6

カフェインと非カフェイン生コーヒー固形物を含む抽出液は、例えば向流装置中中和した活性炭との接触により脱カフェイン化する前に濃縮出来る。此の装置では、活性炭は数個のカラム中にあり、そして抽出物は、順次此等のカラムを通過する。周期的に、最も飽和したカラムを装置からはずし、新鮮な炭素を含むカラムを加える。カラム内の温度は、なるべく80°~90℃とする。カラムの数、各カラムの循環時間、抽出物の滞留時間は、要求された脱カフェイン度が得られ、そして炭素の使用量を最小にするよう選ばれる。炭素の重量は、通常カフェインを除去する生コーヒーの重量の10~20%である。

パツチ/循環装置において、炭素と抽出物間の接触時間は、微生物学上の問題を避ける為望ましくは、少くとも約60℃にすべきであり、一方カラム装置において、入口温度は、同じ理由によりもう少し高くすべきである。温度とカフェイン吸着との明確な関係は認められなかった。

活性炭は、カフェインと同様に酸も吸着する為、抽出液のpHは最高8.0から7.5に達する迄上昇する。然し操作が進むにつれてpHは再び落ち、その結果、例えば97%脱カフェインした時、生豆抽出液の自然のpH以上に1単位未満しか上昇しない。対照的に、中和しない活性炭と接触した生豆抽出物のpHは9.0以上に上昇し、それは、恐らく色とフレーバを低下させる。

実例として、種々の活性炭について、上記のパツチ法を使用した時得られた結果を下に示す。コーヒーに対し、重量比で4:1のイオン化水/生コーヒー比を使用し、24重量%の炭素は生コーヒーの重量に基づき、装置の温度は70℃に8時間保持する。

| 炭 素 | 20℃における蒸留水中の炭素のpH | 20℃における抽出物の最高pH | 20℃における抽出物の最終pH |
|----------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| A. 熱で活性化した | | | |
| 中和しない | | | |
| A ₁ | 10.8 | 9.4 | 7.2 |
| A ₂ | 11.2 | 9.6 | 7.0 |
| A ₃ | 9.5 | 9.5 | 7.1 |

| 炭 素 | 20℃における蒸留水中の炭素のpH | 20℃における抽出物の最高pH | 20℃における抽出物の最終pH |
|----------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| B. 熱で活性化した | | | |
| 中和した | | | |
| B ₁ | 7.5 | 6.7 | 6.2 |
| B ₂ | 7.7 | 6.2 | 5.9 |
| B ₃ | 8.5 | 7.5 | 6.1 |
| B ₄ | 7.4 | 6.6 | 5.6 |
| C. 酸で活性化した | | | |
| 中和した | | | |
| C ₁ | 6.2 | 6.5 | 6.4 |

脱カフェイン終了時に、過度の損失を避ける為、抽出液中にある非カフェイン固形物を脱カフェイン生豆にもどすことが通常望ましい。種々の技術を使用出来る。例えば、豆を通常10から45重量%の水分迄予備乾燥し、直接抽出物と混合し得る。別法として、抽出物を、例えば蒸発により、豆と接触前に15から55重量%の固形分量迄予備濃縮出来る。満足すべき固形物の再混和は、なるべく60から80℃で、4から8時間で得られる。望ましくは、水の総量を、豆の最終水分含量が約55重量%を超えないようにする。全水分は、予備乾燥した豆の残余水分と抽出液中にある水分で構成される。固形物の再混和後、コーヒーを焙煎前に5から12重量%の水分量迄乾燥する。変法として、コーヒー豆と接触した非カフェイン固形物の量を、脱カフェイン時に抽出した量より少なくするのがよい。

週期的に、通常加熱又は溶剤抽出により、活性炭を再生し得る。

本発明を次例で例証し、そして例中の全ての割合、比率、パーセントは、特に述べない場合は、重量基準で示す。

例 1

中和した活性炭は、市販の熱活性化した炭素を2%塩酸で洗浄し、次に脱イオン水 (pH=6.0) で洗浄物のpHが6.0に一定化する迄水洗することにより製造する。コーヒー生豆2000部を、脱イオン水7000部と共に、タンブラー抽出器に入れる。温度を80℃迄上げて保持する。溶液を抽出器から抜き出し、そして15000部/時の速度で循環し、

(4)

特公 平 1-45345

7

8

抽出器にもどす前に、中和した活性炭230部を含むカラムに通す。1時間後に、中和した活性炭230部を含む第2のカラムを、最初のカラムに直列に接続する。

5時間の、全操作後、循環を停止し、そしてpH 6.2の抽出物を豆から分離する。豆を20%の水分になる迄乾燥し、ついで最初に20%の固形分に濃縮した抽出物と混合する。混合を65℃で6時間続ける。その後水分45%を含むコーヒーを、8.5%の水分含量迄乾燥する。

コーヒーは、97%のカフェインを除去し、そして

*で最初のカフェインを除去しない豆と同じような良好な外観を有するが、色は多少黒くなる。焙煎し、ついで浸出液を調製した時に、その熱いコーヒーは、熟練した風味鑑定人のパネルテストにより、良好な品質と色であると評価される。ミルクをカップに添加した時、その熱いコーヒーは、少しも灰色にならず赤褐色を帯びる。

例2から4

例1に述べた脱カフェイン処理を繰り返えしたが、原料と操作条件を変化させた。その結果を表1に要約する。

| 例 | 炭素のpH* | 水/コーヒー率 | 表 コーヒーに対する炭素% | 1 | | 抽出物最終pH | コーヒーの脱カフェイン% |
|---|--------|---------|------------------|-----|------|---------|--------------|
| | | | | 温度℃ | 全時間時 | | |
| 1 | 7.5 | 3.5 | 23 | 80 | 5 | 8.2 | 97 |
| 2 | 7.5 | 3.5 | 23 | 65 | 7 | 6.2 | 97 |
| 3 | 7.5 | 3.5 | 23 | 80 | 5 | 8.0 | 97 |
| 4 | 7.4 | 4.0 | 25 | 65 | 8 | 5.5 | 97 |

* 20℃における蒸留水中で測定した。

脱カフェイン後、非カフェイン固形物を脱カフェイン豆と混合する。

例 5

コーヒー生豆から、向流抽出法により、水溶液で連続的にカフェインを除去する。各60kgの生コーヒーを含む6つの抽出器を直列に使用する。抽出は、100℃の脱イオン水を、最も使用した抽出器に流入して行く。カフェインと非カフェイン生豆固形物を含む水溶液が、最も少く使用したコーヒーを含む抽出器より80℃で流出する。カフェインを除去したコーヒーを含む最後の抽出器を装置からはずしそして新鮮なコーヒー生豆を含む抽出器を、1時間に1度加える。水対コーヒー生豆の比率は10:1であり、その結果装置に入る水の流入率は600lt/時となる。

最も少く使用した生コーヒーから出る抽出物は、3個の直列したカラムを、向流方式で通過し、各カラムは、例1で述べたと同様な方式で製造した35kgの中和した活性炭を含む。カラム内の温度を、75℃に保持する。最も飽和した活性炭カラムをはずし、そして新鮮な物を4時間ごとに加える。

脱カフェイン生豆を、水分20%迄乾燥し、そして相当する量の、最初に固形分20%に濃縮した脱カフェイン抽出物と混合する。混合を75℃で6時間続ける。その後水分45%を含むコーヒーを9.0

%の水分含量迄乾燥する。

例1、2及び5によりカフェインを除去し、ついで焙煎したコーヒーから得られた飲料を、熟練して審査員が、風味テストした結果を表IIに要約する。例1に述べたと同様の方法で、然し酸で中和せずに蒸留水でpH10.8とした活性炭(A)及び蒸留水でpH9.5とした活性炭(B)を使用してカフェインを除去したコーヒーと此等のコーヒーを比較する。

| 例 | 炭素のpH* | 表 | | II | | |
|------|--------|---------|------------------|-------|----|-----|
| | | アロマ | 味 | 色+ミルク | 等級 | 嗜好性 |
| 1 | 7.5 | 良好、新鮮 | 良好、充分純粋な調和のとれた | 赤褐色 | 3 | 6.9 |
| 2 | 7.5 | 良好、充分 | 良好 酸味のある純粋風味の富んだ | 赤褐色 | 1 | 7.1 |
| 40 5 | 7.5 | 新鮮香気のある | 自然な純粋、マイルド調和のとれた | 赤褐色 | 1 | 7.1 |

(5)

特公 平 1-45345

9

10

| 例 | 炭素の pH* | アロマ | 味 | 色+ ミルク | 等級 | 嗜好 性 |
|---|------------|------------|---|----------------|----|---------|
| A | 10.8 | 弱い | S1木の突 のよう な、強い。 酸味のある 紙のよ うな | 灰褐色 | 4 | 4.2 |
| | | | | | | 5 |
| B | 9.5 | 幾分ナ ッツ様 | 積極的 幾分ナツ ツ様 | くす んだ 褐色 | 5 | 4.1 |
| | | 幾分パ ン様 | 古びてい る | | | 10 |

* 20℃の蒸留水中で測定した。